Über synthetische Metallkörper

Von der

Technischen Hochschule zu Breslau

zur

Erlangung der Würde eines Doktor-Ingenieurs

genehmigte

Dissertation

Vorgelegt von

Dipl.-Ing. Stefan Kubik

aus Ratibor O.-S.

Referent: Prof. Dr. F. Sauerwald
Korreferent: Prof. Diepschlag

Tag der mündlichen Prüfung: 14. Januar 1931

1932

Verlag Chemie, G. m. b. H., Berlin W 10

*24565

Seiner lieben Mutter

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

Erscheint auch in der „Zeitschrift für Elektrochemie“ 1932, Nr. 1, S. 33, Bd. 38

Trotzdem die technische Verwendung synthetischer Metallkörper, zu deren Herstellung Metallpulver verwendet werden und die gewissermaßen direkt aus Einzelkristallen zusammengesetzt werden, in den letzten Jahren erheblich zugenommen hat — es sei nur an die grundsätzlich wichtige Gruppe der Schneidmetalle erinnert —, läßt unsere Kenntnis des Wesens dieser Metallkörper doch noch sehr zu wünschen übrig. Bei den Vorgängen, die bei der Fabrikation solcher Körper wichtig werden, muß man zunächst streng unterscheiden die Effekte, die ohne jede Schmelzphase erzielt werden und solche, bei denen Schmelzen, wenn auch nur in geringer Menge, auftreten. Die letzteren haben praktisch, aber nicht grundsätzlich eine solche Bedeutung wie die erstgenannten, sie lassen sich auch leichter unter Verwendung unserer Vorstellungen über regulinische Metalle untersuchen. Bei der ganz trockenen „Frittung" hatten wir früher bei Einstoffsystemen zwei Haupteffekte unterschieden, nämlich erstens die gegenseitige Adsorption zweier einander gegenüberliegender fester Oberflächen, die man auch als mit der Adhäsion identisch ansehen kann, und den Materieaustausch, Atomplatzwechsel zwischen zwei solchen Oberflächen. Der erstere Vorgang kann ohne den zweiten verlaufen. Bei höherer Temperatur können sich beide Vorgänge in der mannigfachsten Weise überlagern, ihre Auswirkung hängt von einer großen Anzahl verschiedener Faktoren ab. In der vorliegenden Arbeit sollen teils die früheren Ergebnisse nachgeprüft, teils neue Eigenschaften, insbesondere Härte und elektrische Leitfähigkeit u. a. m. in die Untersuchung einbezogen werden mit dem Endziel, die allgemeinen Erkenntnisse über die Konstitution zu sichern und zu verbreitern.

I. Versuche mit reinen Metallen.

Experimentelles.

1. Ausgangsmaterial.

Die für unsere Versuche verwendeten Metalle wurden aus ihren pulverförmigen Oxyden durch Reduktion mit Wasserstoff bei möglichst niedriger Temperatur hergestellt. Auch das Ferrum reductum wurde nochmals mit H_2 behandelt. Neben der chemischen Natur des Ausgangsmaterials (siehe Zahlentafel 1) ist von wesentlicher Bedeutung seine Korngröße. Diese wurde bei den hier verwendeten Pulvern auf direktem Wege bestimmt, und zwar durch mikroskopische Untersuchung. Die gefundenen Korngrößen der Pulver waren nicht einheitlich, sondern schwankten von 0,004—0,01 mm Durchmesser. Bei dem Kupferpulver gab die mikroskopische und röntgenographische Untersuchung

Tabelle 1.

Metall bzw. Oxyd	Herkunft	Analyse		Reduktionstemperatur
Fe	Ferrum reduktum	C:	0,06 %	450° C
		S:	Spuren	
	Fa. Kahlbaum	unlösl. in HCl:	0,81 %	
		in H_2SO_4:	1,39 %	
		Ges. Fe:	97,60 %	
Cu_2O	Fa. Kahlbaum	unlösl.:	0,06 %	420° C
		Pb:	0,09 %	
		Cu:	99,77 %	

Sicherheit darüber, daß diese Partikel nicht weiter unterteilt waren (vgl. unten).

2. Versuchsanordnung zur Herstellung der Körper.

Die bei Eisen angewendeten Preßdrucke waren 1500 und 3600 at, bei Kupfer 2000 und 5000 at. Die Preßdauer, vom Erreichen des gewünschten Preßdruckes ab gerechnet, wurde jedesmalig zu 30 Sek. gewählt. Der Durchmesser der zylindrischen Proben betrug 20,25 mm, ihre Höhe 12,1 mm. Die fertigen Körper wurden zu sechs in einem Quarzfingerrohr im Wasserstoff geglüht. Die Glühzeit betrug 30 Min. und rechnete stets erst vom Erreichen der gewünschten Temperaturkonstanz an, die in Grenzen von $\pm$ 10° C schwankte. An den fertigen Körpern wurde nacheinander Leitfähigkeit, Dichte, Härte, Festigkeit und Korngröße untersucht.

3. Elektrische Leitfähigkeitsmessungen.

Als Meßapparat wurde, da es sich um Messungen sehr kleiner Widerstände handelte, die Thomsonsche Doppelbrücke gewählt. Als Vergleichsnormale wurde bei Eisen eine Normale von der Größenordnung 10^{-4} Ohm, bei Kupfer eine selbst hergestellte von 10^{-6} Ohm verwendet.

Um die Gebrauchsfähigkeit obiger Versuchsanordnung für unsere Messungen festzustellen, wurden mit ihr Bestimmungen der elektrischen Leitfähigkeit an regulinischen Metallen, an Kupfer und Eisen vorgenommen. Aus diesen wurden den Abmessungen der synthetischen Körper entsprechende Probekörper hergestellt und diese von beiden Seiten geschliffen und poliert. Als Material für die Stromzuführungskontakte, die in der Höhe wesentlich geringer, im Durchmesser jedoch um mehrere Millimeter größer als die Probekörper und wie diese geschliffen und poliert waren, wurde Kupfer genommen. In der durch das Resultat der Vorversuche als berechtigt erwiesenen Annahme, daß der Druck, unter dem die Flächenkontakte bei den Messungen stehen, eine wesentliche Rolle spielt, wurde zur Erzielung eines größeren und zugleich meßbaren Druckes eine Brinellpresse verwendet, eine Einrichtung, die sich sehr gut bewährte. Der Wider-

stand des zur Eichung dienenden Körpers nähert sich mit zunehmendem Anpreßdruck einem Endwert, der dem bekannten Wert des spezifischen Widerstandes von Kupfer und Eisen entspricht (Fig. 1). Die Messung der synthetischen Körper erfolgte nun in derselben Weise. Man vergewisserte sich, daß das Anpressen der Kontakte eine Verformung der Körper nicht herbeiführte.

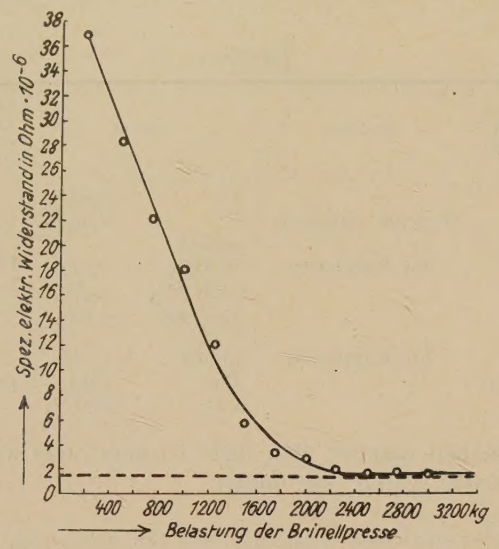

Fig. 1.
Elektrischer Widerstand an Kupferproben in Abhängigkeit vom Druck an den Kontakten.

4. Dichtemessungen.

Die Dichtemessungen wurden in einem zu diesem Zweck angefertigten zweiteiligen Pyknometer ausgeführt und als Meßflüssigkeit Quecksilber gewählt. Gegen Amalgamation wurden die Proben durch einen dünnen Fettfilm geschützt. Gleichmäßiges und blasenfreies Füllen des Pyknometers wurde durch Behandlung im Vakuum erreicht.

Um das Pyknometer mit Quecksilber als Meßflüssigkeit auf seine Genauigkeit hin zu prüfen, wurden Dichtemessungen an Eisen, Kupfer und Glas einmal nach dem Auftriebverfahren durch Wägung in Wasser, das andere Mal mit dem Pyknometer und Quecksilber ausgeführt. Die erhaltenen Werte beider Methoden differieren, wie aus Tabelle 2 zu ersehen ist, um $\pm {}^1/_2\,{}^0/_0$ und ergeben somit eine einwandfreie Brauchbarkeit der Versuchsapparatur.

Tabelle 2.

Zusammenstellung der Ergebnisse der Dichtemessungen.

Material	Dichte nach		
	Landolt-Börnstein	Auftrieb	Pyknometer
Graues Gußeisen .		6,959 6,964	6,984 6,947
Kupfer (Draht) .	8,930—8,949	8,928 8,924	8,917 8,913
Glas	2,4—2,6	2,463 2,469	2,460 2,469

5. Festigkeitsuntersuchungen.

Um bei den Zerreißversuchen Biegebeanspruchungen auszuschalten, wie sie bei früheren Versuchen mitunter dadurch auftraten, daß einige besonders bei höheren Temperaturen geglühte stabförmige Proben, die die Form einfacher Vierkante von den Abmessungen $4 \times 4 \times 60$ mm hatten, nach dem Glühprozeß etwas verzogen waren, wurden aus den pastillenförmigen Körpern Zerreißkörper von der Form gefräst, wie sie Fig. 2 wiedergibt, die in eigens dafür hergestellten Backen (s. Fig. 2)

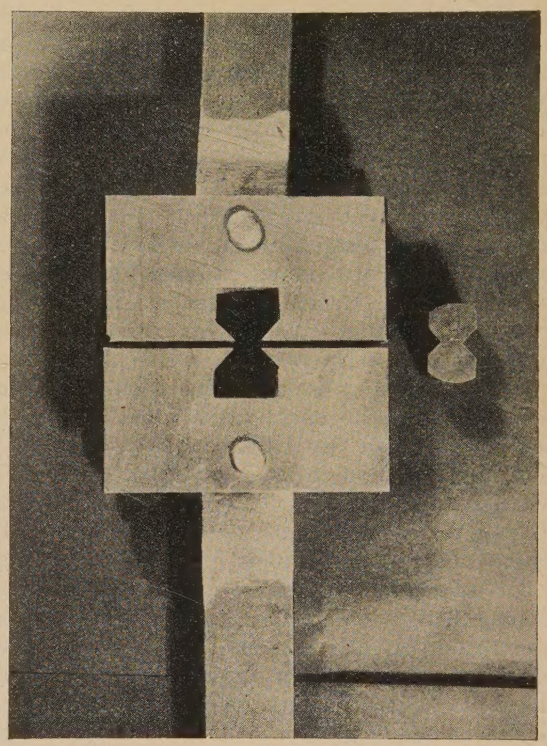

Fig. 2.
Einspannbacken und Zerreißkörper.

in einer Losenhausenschen Drahtprüfmaschine zerrissen wurden. Um ein Abscheren der Zerreißkörper während der Versuche unmöglich zu machen, waren die Zerreißbacken an ihren Haltevorrichtungen, die wiederum selbst durch Widerhaken an einem Gleiten nach oben und unten gehindert wurden, beweglich befestigt.

6. Brinellhärtebestimmung.

Der Durchmesser der Kugel wurde zu 10 mm gewählt, die Belastung zu 250 kg.

Vorversuche zeigten sowohl bei synthetischem Eisen als auch bei Kupferkörpern, daß die Härte nicht an allen Teilen der Körper die gleiche war; die Unterschiede betrugen 2 bis $5\,{}^0/_0$. Dies ist damit zu erklären, daß beim Pressen in der Matrize die in der Nähe des beweglichen Stempels liegenden Pulverteile mehr gepreßt werden als die übrigen, da ja das Pulver im Gegensatz zu Flüssigkeiten nicht an allen Stellen auf den gleichen Druck kommt.

Um Vergleichswerte aufstellen zu können, wurden die Härtebestimmungen immer auf der Fläche der Proben ausgeführt, die beim Preßvorgang dem Stempel am nächsten lag.

7. Strukturuntersuchung.

Die Untersuchung der Kristallstruktur wurde mit dem Mikroskop und auf röntgenographischem Wege versucht. Die Schliffe wurden ungeätzt und geätzt (Kupfer konz. HNO_3, Eisen alkohol. Pikrinsäure) beobachtet und bis 2000fache Vergrößerungen angewendet. Die Schlifflächen wurden immer senkrecht zu den oberen Begrenzungsflächen und gleich weit vom Rande entfernt angelegt. Die Debye-Aufnahmen an Cu zwecks eventueller Feststellung sehr feiner Körner und ihrer Veränderungen wurden an Proben des nicht gepreßten Pulvers und an solchen, die aus den eingangs beschriebenen Versuchskörpern ausgeschnitten waren, gemacht.

Versuchsergebnisse.

Die Ergebnisse der Untersuchungen der Dichte, Leitfähigkeit, Härte und Festigkeit sind ohne weiteres den Fig. 3 bis 10 zu entnehmen. Die eingezeichneten Werte sind immer Mittelwerte aus drei Zahlen. Weiterhin wurde noch gemessen die Schrumpfung des Durchmessers geglühter Proben, die in Tabelle 3 mitgeteilt ist. Die Höhe änderte sich durch die Glühung nicht meßbar.

Die Ergebnisse der Beobachtung der Struktur waren folgende:

Tabelle 3.

Fe.

Erhitzungstemp. °C	Herstelldruck at	Durchm. nach d. Erhitzung mm	Herstelldruck at	Durchm. nach d. Erhitzung mm
600	3600	20,2	1500	20,2
725	3600	20,1	1500	20,2
775	3600	20,0	1500	20,0
850	3600	19,6	1500	19,6
910	3600	19,4	1500	19,3
1000	3600	19,9	1500	20,0
1100	3600	20,1	1500	20,1

Cu.

Erhitzungstemp. °C	Herstelldruck at	Durchm. nach d. Erhitzung mm	Herstelldruck at	Durchm. nach d. Erhitzung mm	Höhe nach d. Erhitzung mm
200	5000	20,0	2000	20,2	12,1
300	5000	20,2	2000	20,2	12,1
400	5000	20,1	2000	20,1	12,1
500	5000	20,1	2000	20,1	12,1
600	5000	20,0	2000	19,5	11,8
700	5000	20,2	2000	18,3	11,1
800	5000	20,1	2000	17,2	10,8
900	5000	19,7	2000	17,1	10,8

Die ungeätzten Eisenschliffe zeigten das dichteste Gefüge bei 910° C. Die Schliffoberflächen der mit 5000 at gepreßten Kupferkörper waren bis 700° C ziemlich gleichmäßig von sehr kleinen

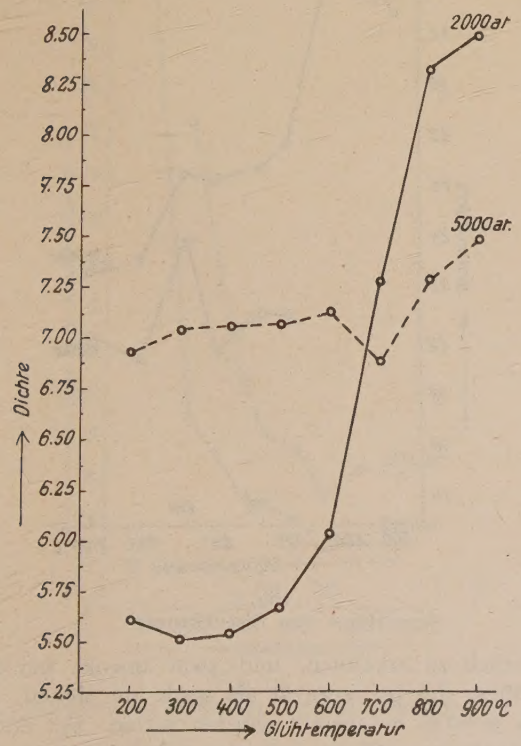

Fig. 3.
Dichte von Kupferkörpern.

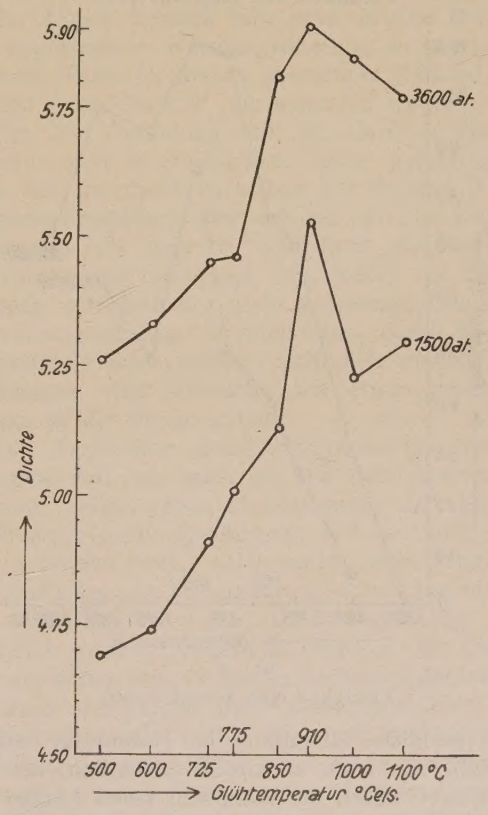

Fig. 4.
Dichte von Eisenkörpern.

Hohlräumen durchsetzt. Ab 800° C trat eine merkliche Zunahme derselben an Größe ein, die sich bei 900° C noch um ein Bedeutendes steigerte. Bis zu 600° C entsprachen die Gefügebilder der mit 2000 at gepreßten Kupferkörper den bei höherem Preßdruck hergestellten Körpern. Bei 700° C war

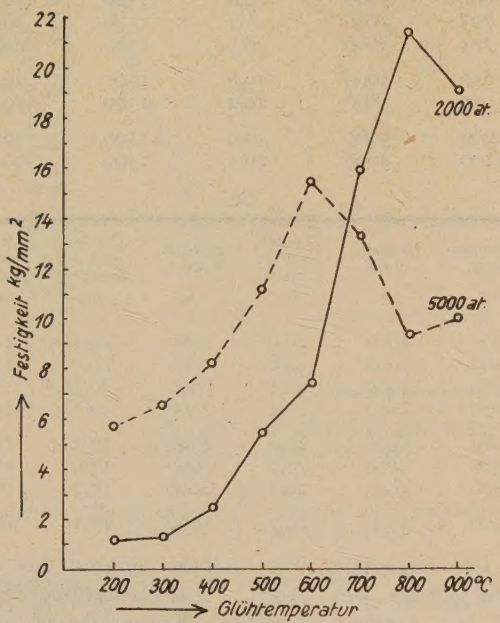

Fig. 5.
Festigkeit von Kupferkörpern.

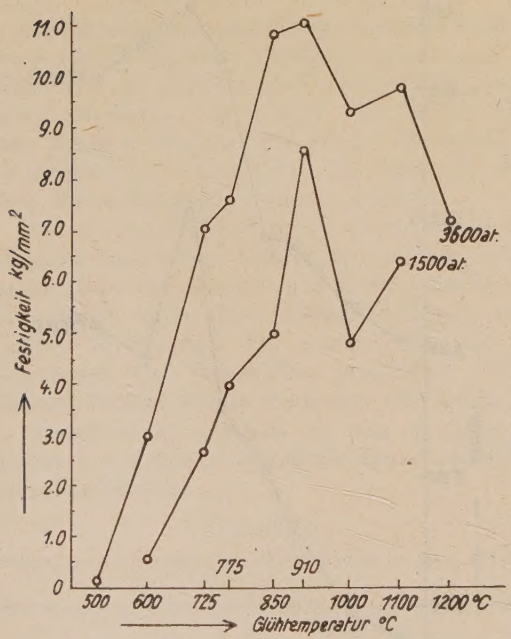

Fig. 6.
Festigkeit von Eisenkörpern.

eine merkliche Abnahme der Hohlräume sowohl an Zahl wie auch an Größe ersichtlich; bei 800 und 900° C waren nur noch sehr kleine Löcher vereinzelt sichtbar, so daß die Schliffflächen fast reinen metallischen Charakter zeigten.

Erfolg brachte die Beobachtung der geätzten Schliffe nur bei Kupfer. Kornbegrenzungslinien waren zwar bei den bei niederen Temperaturen geglühten Körpern nicht, sondern erst ab 700° C

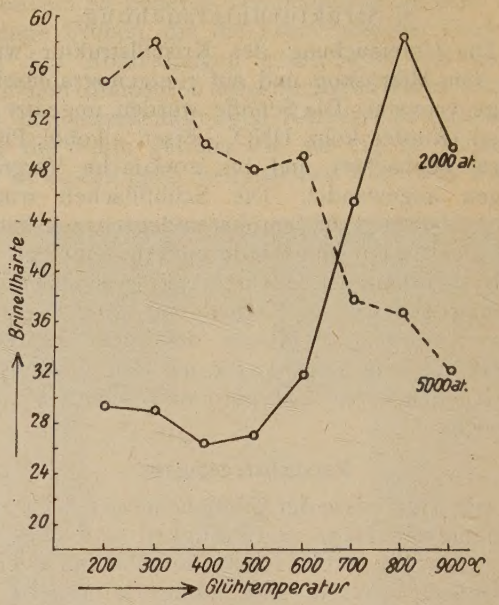

Fig. 7.
Härte von Kupferkörpern.

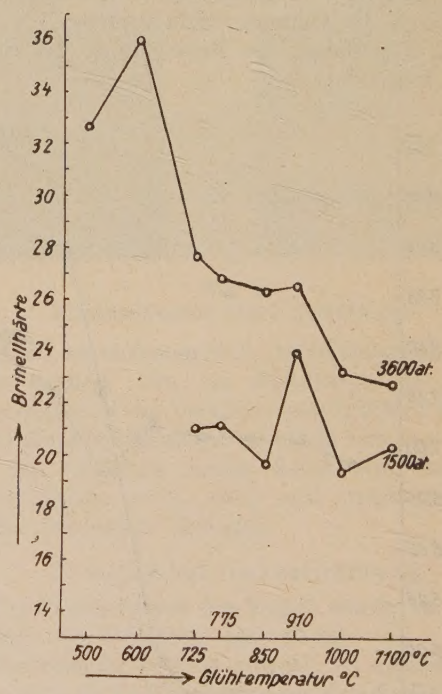

Fig. 8.
Härte von Eisenkörpern.

deutlich zu erkennen, und zwar sowohl bei den Proben, die bei 2000 at als auch bei denen, die bei 5000 at hergestellt worden waren. Bei dieser Temperatur schien auch das Kornwachstum einzusetzen, da die bei 800° C geglühten Körper sehr

erheblich größere Körner aufwiesen, deren Ausmaße bei 900° C ein weiteres Anwachsen verrieten.

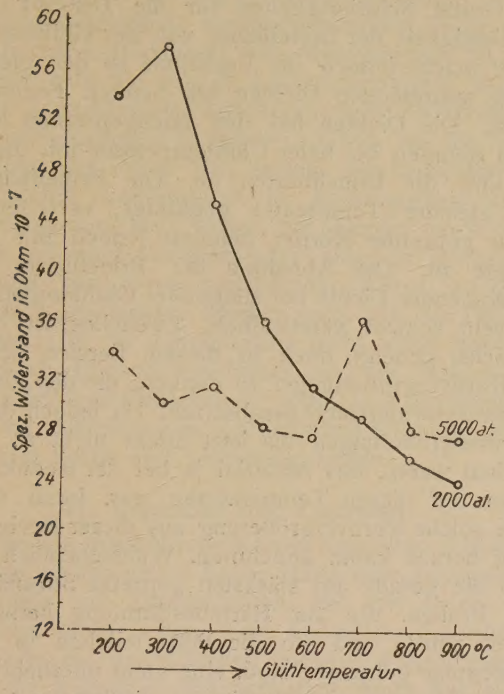

Fig. 9.
Elektrischer Widerstand von Kupferkörpern.

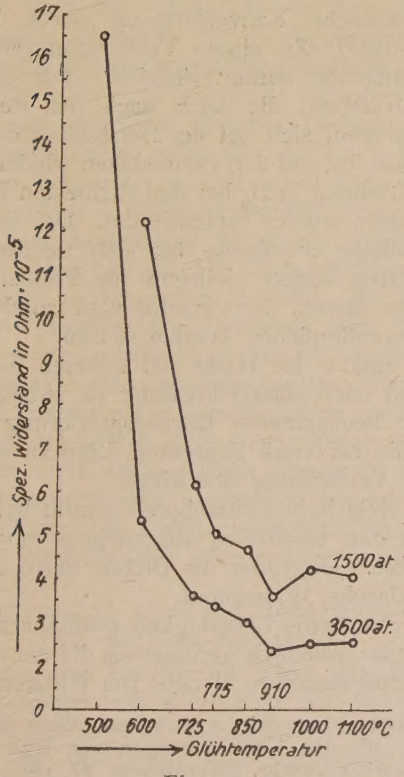

Fig. 10.
Elektrischer Widerstand von Eisenkörpern.

F. Sauerwald (l. c.) findet als Temperatur des deutlichen Kornwachstums bei synthetischen Kupferkörpern 720° C, eine Temperatur, die auch in den hier gefundenen Temperaturbereich fällt.

Die Versuche, mit Hilfe der Röntgenstrahlen einen Einblick in eventuelle Kristallisationsvorgänge sehr kleiner Kristallite synthetischer Körper zu gewinnen, brachten ein negatives Ergebnis. Es wurden Debye-Aufnahmen des Ausgangspulvers und der bei 300 bzw. 700° C geglühten Kupferkörper desselben Herstellungsdruckes gemacht. Merkliche Unterschiede in der Breite der Interferenzringe bei den einzelnen Aufnahmen waren mit den uns zur Verfügung stehenden Hilfsmitteln nicht festzustellen. Es ist also anzunehmen, daß in dem durch Röntgenstrahlen erfaßten Bereich keine Kristallisationen erfolgen.

Besprechung der Versuchsergebnisse.

Die Versuchsergebnisse stehen nicht in Widerspruch mit der früher ausgesprochenen Grundanschauung, daß bei der Herstellung synthetischer Metallkörper die beiden grundlegenden Vorgänge die der Adhäsion und Kristallisation zwischen den Pulverteilchen sind. Für die mikroskopische Beobachtung waren die Materialien zwar nicht sehr geeignet, immerhin ist bemerkenswert, daß selbst mit 2000facher Vergrößerung die Temperatur der beginnenden Kornvergrößerung, verstanden als deutlich und direkt beobachtbare Vergröberung des mittleren Korndurchmessers, bei Kupfer ebenso wie früher im Bereich von 700° C festgestellt wurde. Dieser Bereich fällt etwa in den Bereich der beginnenden Kornvergrößerung in warmverformtem Kupfer[1]), dessen kristalliner Zustand am ehesten dem des hier vorliegenden Kupfers entspricht. Die Vermutung, daß die einzelnen Pulverteilchen noch in erheblichem Maße polykristallin seien und innerhalb derselben bei tieferen Temperaturen Kristallisationen verlaufen, wird bei Kupfer im Bereich von unter 10^{-6} cm durch die Röntgenaufnahmen ausgeschlossen. Um jedoch die Frage, ob noch unterhalb der oben genannten Temperaturen Kornwachstum eintreten kann, durch direkte Beobachtung mit größerer Sicherheit entscheiden zu können, sind Versuche mit etwas gröberen Pulvern in die Wege geleitet.

Die Ergebnisse der Dichtemessungen lassen erkennen, daß, wie auch ein Teil der früheren Ergebnisse zeigte, eine Herabsetzung der Dichte durch eine Kornvergrößerung, wie sie gelegentlich gefunden war, allgemein nicht statthat. Offenbar kann eine Verminderung der Dichte infolge von Kristallisation durch Adhäsionswirkung ausgeglichen werden. Außerdem dürfte für die Dichte sehr wesentlich sein, ob bei der Reduktion der letzten Oxydreste des Pulvers der Wasserdampf leicht entweichen kann oder nicht. Wie auch das ungeätzte Schliffbild vermuten läßt, sind aus diesem Grund nach Glühung bei hohen Temperaturen die wenig gepreßten Cu-Körper dichter als die stark gepreßten.

[1]) F. Sauerwald, Lehrb. d. Metallkunde, S. 406.

Kristallisationsvorgänge, die durch Umwandlungen veranlaßt sind, üben einen Einfluß auf Dichte und Schrumpfung aus. Es zeigte sich mit großer Deutlichkeit ein Absinken der Dichte synthetischer Eisenkörper bei Glühungen dicht oberhalb der A_3-Umwandlung[1]). Es ist vorläufig wohl kaum anders möglich, als diesen Effekt mit der Umwandlung in Verbindung zu bringen, wenn er auch nicht bei der Umwandlungstemperatur selbst, sondern erst bei einer etwas höheren Temperatur auftritt. Diese Beobachtung wurde auch bereits bei einem Teil der früheren Versuche gemacht. Wie diese Verzögerung des Einflusses der Umwandlung vorzustellen ist, ist jetzt immer noch nicht klar anzugeben. Unter Umständen erklärt sich das Auftreten des Maximums der Eigenschaftswerte in den gezeichneten Kurven oberhalb der Umwandlungstemperatur einfach dadurch, daß die Werte unterhalb der Umwandlungstemperatur nicht dicht genug an dieser liegen. Vielleicht wirkt sich der Einfluß der Umwandlung dicht oberhalb der Umwandlungstemperatur auch deshalb vergleichsweise schlecht aus, weil bei diesem Versuch die Anheizperiode im α-Gebiet verhältnismäßig noch viel Zeit einnimmt. Jedenfalls hängt der Einfluß der Umwandlung mit der Schrumpfung des Raumgitters bei der Umwandlung und mit der Andersartigkeit der Adhäsionskräfte zusammen.

Festigkeit und Dichte ändern sich in demselben Sinne, eine Ausnahme machen nur die hochgeglühten Cu-Körper, die mit 5000 at gepreßt waren. Hier kann sich ebenso wie in den früheren Versuchen die Kornvergrößerung auswirken, indem dadurch der Körper etwas plastisch wird (vgl. unten). Dagegen ändern sich Dichte und die Härte viel seltener im gleichen Sinne. Die Härte, die bei regulinischen Metallen im allgemeinen zur Zerreißfestigkeit in einem einfachen Verhältnis steht, verhält sich bei synthetischen Körpern in einem großen Gebiet anders als die Festigkeit. Während beide Größen nach Glühungen bei höheren Temperaturen den gleichen Verlauf nehmen, wie dies auch schon früher festgestellt wurde, stehen bei tieferen Temperaturen verhältnismäßig geringen Festigkeiten auffallend hohe Härten gegenüber. Besonders bei hohen Preßdrücken nimmt die Härte mit der Glühtemperatur zunächst im allgemeinen ab.

Der Grund für den verschiedenartigen Verlauf von Härte und Festigkeit kann leicht darin gefunden werden, daß wir es bei der Härteprüfung nach Brinell mit einer Materialverformung zu tun haben, während die Zerreißversuche an synthetischen Körpern, die nicht zu hoch geglüht sind, im allgemeinen ohne Verformung verlaufen und die Reißfestigkeit jedenfalls überwiegend an den Korngrenzen wiedergeben, Reißfestigkeit und Formänderungswiderstand stehen nach anderweitigen Erfahrungen in keinem einfachen Verhältnis zueinander.

Große Schwierigkeiten für die Deutung der Abhängigkeit der Brinellhärte von der Glühtemperatur macht jedoch ihr Verhältnis zu den gleichzeitig auftretenden Dichten bei tieferen Temperaturen. Die Dichten bei den hochgepreßten Körpern nehmen bei tiefer Glühtemperatur mit dieser zu und die Brinellhärten ab. Die Brinellhärten bei gleicher Temperatur geglühter, verschieden hoch gepreßter Körper nehmen jedoch mit der Dichte zu. Die Abnahme der Brinellhärte mit zunehmender Dichte bei steigender Glühtemperatur ist sehr schwer verständlich. Zweifellos ist man zunächst geneigt, doch in diesem Bereich schon an Kornvergrößerungen zu denken, die den Formänderungswiderstand herabsetzen. Da jedoch diese Kornvergrößerungen bis jetzt direkt nicht zu entdecken waren, das Material ja bei der Reduktion schon auf diesen Temperaturen war, kann man eine solche Kornvergrößerung aus dieser Beobachtung heraus kaum annehmen. Wahrscheinlich ist, daß die gerade am stärksten gepreßte Stirnfläche der Proben, die zur Härtebestimmung herangezogen wurde und wo die Pulverteilchen in der Bewegung gehemmt sind, eine nicht unerhebliche Kaltverformung eintritt, die mit steigender Glühtemperatur zurückgeht. Im allgemeinen hatten wir früher aus verschiedenen Gründen geschlossen, daß eine wesentliche Kaltverformung durch Pressen nicht eintritt[1]). Zu einem Verfestigungseffekt an den Oberflächen kommt vielleicht, daß die ganz dünne Oxydhaut, die auch nach der Reduktion mit Wasserstoff sich bei der Herstellung der Preßkörper zunächst auf den Partikelchen wieder bildet, bei der Glühung in H_2 bei den dichtesten Pastillen nur langsam wieder verschwindet. Das Bestehenbleiben dieser Oxydhäute bei den tieferen Glühtemperaturen könnte vielleicht die Proben härter erscheinen lassen, ihr Verschwinden zu den dem Metall eigentümlichen Werten führen.

Das Sinken der Härte bei höheren Temperaturen und nach starker Pressung ist zwanglos mit der hier beobachteten Kornvergrößerung zu erklären, die bei stark gepreßten Körpern den Einfluß der Verdichtung überwiegt.

Die elektrische Leitfähigkeit nimmt bei beiden Metallen den erwarteten allgemeinen Verlauf mit der Dichte. Je größer die Dichte, desto geringer der spezifische Widerstand.

Die elektrische Leitfähigkeit synthetischer Körper ist ganz erheblich geringer als die der aus dem Schmelzfluß erstarrten Metalle. Der Widerstand, den

[1]) Dieser von uns 1924 gefundene Effekt ist neuerdings von Schlecht, Schubardt und Duftschmidt in derselben Weise bestätigt worden [Ztschr. Elektrochem. **37**, 485 (1931)].

[1]) Dieser Frage wird erneut, vor allem in Zusammenhang mit den Untersuchungen von Skaupy und Kantorowicz [Ztschr. Elektrochem. **37**, 482 (1931)] in einer laufenden Untersuchung nachgegangen. Es kann vorläufig mitgeteilt werden, daß beim Pressen von Metallpulvern in Matrizen Verwaschung des K_α-Doublettes von Debye-Interferenzen auftritt, was zunächst auf innere Spannungen schließen läßt.

diese Körper dem elektrischen Strom entgegensetzen, ist im günstigsten Falle um noch fast 50% höher als der regulinischer Metalle.

Eine Möglichkeit, auf rechnerischem Wege die elektrische Leitfähigkeit von Mischkörpern zu ermitteln, gibt die von K. Lichtenecker[1]) aufgestellte „logarithmische Mischungsregel". Wir können die Mischungsregel anwenden, indem wir die Leitfähigkeit der Poren Null setzen. Der Logarithmus elektrischer Leitfähigkeit in Abhängigkeit vom Porenvolumen liegt weder bei Kupfer noch bei Eisen auf einer Geraden oder einer in geringem Abstand von dieser verlaufenden Kurve, so daß demnach geschlossen werden muß, daß das Porenvolumen für die Leitfähigkeit nicht allein bestimmend ist. Ebenso wie früher aus der Diskussion der „effektiven Festigkeiten" ergibt sich der Schluß, daß die Hohlräume in synthetischen Körpern keine einfache Form und Verteilung haben.

II. Versuche mit Carbiden.

Die als synthetische Körper erzeugten Schneidmetalle weisen neben hoher Härte eine genügende Zähigkeit auf, Eigenschaften, die erst beide zusammen ihren hohen Wert bedingen. Es erhebt sich hier die grundsätzlich wichtige Frage, inwiefern die günstigen Eigenschaften durch das Herstellungsverfahren aus Pulvern bedingt sind. Zu ihrer Entscheidung wurden einige orientierende Versuche über das Verhalten von Eisenmangancarbidphasen angestellt, die im regulinischen und synthetischen Zustand miteinander verglichen werden sollten. Es wurde ein möglichst einfaches System gewählt, um möglichst einfache Bedingungen zu haben, insbesondere sollte das Auftreten flüssiger Phasen im Gegensatz zu den technischen Schneidmetallen zunächst völlig vermieden werden.

Als Ausgangsmaterial wurde ein weißes Roheisen mit 4% C und 5% Mn, dessen Kohlenstoff als Carbid oder gelöst vorlag, gewählt. Die hier angestellten Versuche hatten folgende zwei Ziele:

1. Es sollte untersucht werden, ob und inwieweit dieses weiße Roheisen in seinem aus dem Schmelzfluß erstarrten Zustand als Schneidmetall verwendbar sei.

2. Aus demselben, zu Pulver zerkleinerten Material sollten synthetische Körper hergestellt und denselben Untersuchungen unterzogen werden.

Die Herstellung der synthetischen Körper sollte nach der Methode des Warmpressens erfolgen[2]).

Untersuchungen über die Schneidfähigkeit von weißem Roheisen.

Die bei der Bearbeitung eines Metallstückes durch spanabhebende Werkzeuge wichtigsten Faktoren sind Schnittgeschwindigkeit, Spanquerschnitt, Material der Werkstoffe und Schneidtemperatur. Schnittgeschwindigkeit — darunter versteht man den in der Zeiteinheit am Drehstahl in der Drehrichtung vorbeieilenden Weg des Werkstückes — und Spanquerschnitt — das Produkt aus Spantiefe und Vorschub — bestimmen die Leistung eines Drehstahles, also die Spanmenge, die letzterer innerhalb einer bestimmten Zeit liefert.

Für die Form des Schneidmessers wurde bei den hier angestellten Versuchen eine den Widiaplättchen ähnliche angewendet. Die Abmessungen der Schnittwinkel, deren Größe je nach dem Verwendungszweck verschieden ist, wurden so gewählt, wie sie Krupp für Widiaplättchen angibt. Die Größe des Rückenwinkels α ist in erster Linie abhängig von der Festigkeit des zu bearbeitenden Materials. Als Werkstück wurde hier ein mittelharter Maschinenstahl mit 0,44% C — Festigkeit 60 kg/mm² — verwendet, für dessen Bearbeitung Krupp einen Rückenwinkel von 10 bis 12° und einen Meißelzuschärfungswinkel von 58° angibt. Das Auflöten dieser Körper auf die Schäfte, die aus Siemens-Martinstahl waren, geschah mit Hilfe von Messing und Borax in einem mit Gas gefeuerten Ofen, wobei dieser, um eine zum Löten erforderliche reduzierende Flamme zu erhalten, mit Gasüberschuß geheizt wurde. Um die Schneide, solange sie rotglühend war, vor dem schädlichen Einfluß des Luftsauerstoffes zu schützen, wurde das Werkzeug nach dem Lötvorgang zur langsameren Abkühlung in pulverisierte Holzkohle gelegt. Das anschließende Schleifen wurde sehr sorgfältig ausgeführt, hängt doch der Erfolg beim Arbeiten sehr von der Schärfe der Schneide ab.

Mit den so erhaltenen Schneidwerkzeugen wurden nun Drehversuche an dem oben angeführten Maschinenstahl ausgeführt, und zwar einmal bei größeren Spanquerschnitten sowie hoher Schnittgeschwindigkeit, das zweite Mal bei Spanabmessungen, wie sie bei Oberflächenbearbeitungen in der Werkstatt üblich sind.

Die für unsere Versuche zur Verfügung stehende Maschine war eine Leitspindeldrehbank mit 200 mm Spitzenhöhe und Transmissionsantrieb durch Vierstufenscheibe. Die Schnittgeschwindigkeiten wurden mit einem Haler-Geschwindigkeitsmesser der Firma Schuchardt & Schütte gemessen. Die Einstellung des Meißels beim Arbeiten, die gleichfalls eine große Rolle spielt, geschah nach Angaben von Krupp für Widiaplättchen, der beim Drehen von Stahl ca. 1% des Durchmessers des Werkstückes über Mitte angibt. Als Vergleichsgröße bei den hier angestellten Versuchen wurde die Spanmenge gewählt, die ein Schneidstahl bis zum Unbrauchbarwerden der Schneide lieferte.

Versuchsergebnisse.

1. Versuche mit großem Spanquerschnitt und hoher Schnittgeschwindigkeit.

Versuch Nr.	Versuchsstab Länge mm	Versuchsstab Durchm. mm	Schnitttiefe mm	Vorschub mm	Schnittgeschwindigkeit m/min	Spanmenge g
1	450	35	2,5	0,275	32,8	61
2	450	35	2,5	0,275	25,1	94
3	450	35	2,0	0,275	25,1	110
4	450	35	2,0	0,275	13,5	225

[1]) Physikal. Ztschr. **25**, 169, 193, 225 (1924).
[2]) Ztschr. Metallkunde **1929**, S. 22.

2. Versuche mit kleinerem Spanquerschnitt.

Versuch Nr.	Versuchsstab Länge mm	Durchm. mm	Schnitttiefe mm	Vorschub mm	Schnittgeschwindigkeit m/min	Spanmenge g
1	400	35	1,0	0,18	22,1—10,1	2240*)
2	400	35	1,0	0,18	22,1— 9,0	2415*)

*) Nr. 1 Standzeit 110 Min., Nr. 2 118 Min.

Vergleicht man die hier gefundenen Leistungen mit denen anderer Schneidstähle, z. B. von Kohlenstoffstählen, so stellt sich ein sehr zufriedenstellendes Ergebnis heraus. Smith und Leigh[1]) stellten mit Kohlenstoffstählen (1,28% C) Versuche an, die sich auf die Untersuchung der Veränderlichkeit der Schneidhaltigkeit bei verschiedenen Schnittgeschwindigkeiten erstreckten, und erhielten als Maximum der Schneidhaltigkeit 125 Min.

Stellen wir die Versuchsbedingungen und Ergebnisse einander gegenüber, so sehen wir überraschenderweise, daß die Schneidhaltigkeit des hier verwendeten Versuchsmaterials trotz eines mehr als dreimal größeren Spanquerschnittes dem Maximum der Standzeit von Kohlenstoffstählen sehr nahe kommt.

	Spanquerschnitt mm²	Schnittgeschwindigkeit m/min	Festigkeit des Werkstücks kg/mm²	Standzeit Min
Smith . . .	0,0525	18,3	65	125 max
s. Tab. 2 .	0,18	16,1 (Durchschn.)	60	118 max

Warmpreßversuch.

Da die Untersuchungen über die Verwendbarkeit von weißem aus dem Schmelzfuß erstarrten Roheisen als Schneidmetall günstige Resultate geliefert hatten, wurde nun versucht, auf synthetischem Wege aus demselben Material Körper herzustellen, die ähnliche oder womöglich noch bessere Eigenschaften zeigten.

Das als Ausgangsmaterial verwandte, mit der Hand vorzerkleinerte weiße Roheisen derselben Zusammensetzung wurde in einem Diamantmörser möglichst fein zerstampft und mit Hilfe feinmaschiger Drahtgewebe ein Pulver ausgesiebt, dessen Teilchengröße im Durchmesser kleiner als 0,05 mm war.

Versuche, mit Hilfe des gewöhnlichen synthetischen Verfahrens, also Pressen bei Raumtemperatur und anschließende Glühbehandlung, zum Ziele zu kommen, führten zu keinem Erfolg. Der aus dem zerkleinerten Material durch Pressen bei einem Druck von 5000 at erhaltene und bei einer Temperatur von 800° C geglühte Regulus zeigte zwar nach dem Erhitzen einen größeren Zusammenhalt als vorher, war jedoch schon mit einem Messer abschabbar. Da auch ein Glühen bei höheren Temperaturen — 900° C — kein anderes Ergebnis brachte, wurde die Methode des Warmpressens[1]) zu Hilfe genommen.

Um den schädlichen Einfluß einer Oxydation durch die Außenluft während des Erhitzungs- und Preßvorganges bei hoher Temperatur auszuschalten, war es nötig, die Versuche selbst in einem Schutzapparat auszuführen. Fig. 11 zeigt einen Schnitt durch die Versuchsapparatur. Auf einem vollkommen plan gearbeiteten kreisförmigen Eisenblock (*7*), der zum Schutze gegen seitliches Verschieben von einem Führungsring (*8*) mit Tragstützen (*10*) lose gehalten wird, ruht die das Preßgut (*4*) aufnehmende Matrize (*1*) mit Preßstempel (*2*) und Gegenstempel (*3*). Letztere wurde von der Fa. Krupp aus hitzebeständigem Material — Markenzeichen: NCT_3 — geliefert. Eine starkwandige Tasse aus Eisenblech mit Blei als Sperrflüssigkeit (*9*) nimmt diese ganze innere Apparatur in sich auf, die eine Blechhaube (*5*) von der Außenluft abschließt. Mit Hilfe zweier ineinander geschobener Rohre (*11* und *12*) war es möglich, während des Versuches einen ununterbrochenen Wasserstoffstrom in die Haube einzuleiten. Zwei an die Platte angeschweißte Flacheisen (*13*) und ein eiserner Querstab ermöglichten es, die Gesamtapparatur auch hoch erhitzt zu transportieren. Zum Temperaturpressen wurde eine hydraulisch wirkende Handpresse verwendet; zum Erhitzen stand ein mit Gas gefeuerter Muffelofen zur Verfügung. Die Temperatur wurde mit einem Eisen-Konstantan-Thermoelement mit Isolier- und Schutzrohr gemessen, das während des Versuches zwischen Tassen- und Haubenwand in das flüssige

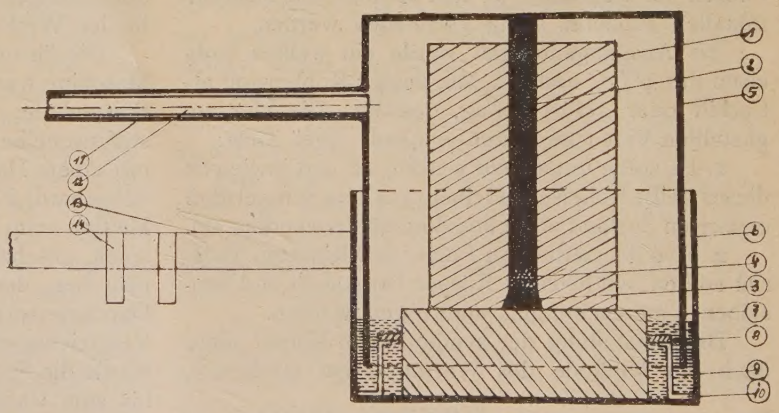

Fig. 11.
Einrichtung zum Warmpressen in reduzierender Atmosphäre.

Blei tauchte. Die Temperaturkonstanz war ± 10° C. Die Erhitzungsdauer, von der Durchwärmungszeit abgerechnet, die an einem den Abmessungen der Matrize entsprechenden Eisenblock festgestellt worden war, betrug 15 Minuten. Die Höhe des

[1]) Kronenberg, Grundzüge der Zerspahnungslehre, S. 23 (1926).

[1]) l. c. Diese Methode ist schon früher angewendet, aber noch nicht beschrieben worden.

Vorpreßdruckes wurde ebenso wie die des Temperaturpreßdruckes zu 3600 at und die Dauer jedes Preßvorganges zu 30 Sekunden gewählt. Die Temperatur, bei der das Warmpressen erfolgte, betrug 800° C.

Das zur Herstellung einer Pastille abgewogene Material wurde in der Matrize unter der Presse bei Raumtemperatur mit einem Druck von 3600 at belastet. — Um allen Teilchen des gepulverten Materials, dessen Korngrößenabmessungen noch verhältnismäßig groß waren, möglichst den vollen von der Presse ausgeübten Druck zukommen zu lassen, wurden die Materialmengen für die einzelnen Preßkörper ziemlich klein gewählt. — Matrize mit Preßling wurden hierauf auf den Eisenblock, der in der auf ca. 500° C erhitzten Tasse ruhte, gebracht und nach Überstülpen der Haube der Wasserstoff angeschlossen und die Apparatur in den auf Temperaturkonstanz gebrachten Ofen geschoben. Nach verstrichener Durchwärmungs- und Glühzeit wurde der Wasserstoff-Ein- und -Austritt durch Klemmen abgesperrt, das Thermoelement entfernt, die Apparatur rasch unter die Presse gebracht und 30 Sekunden lang mit einem Druck von 3600 at belastet. Nach dem Rücktransport wurde der Wasserstoff wieder eingeleitet und ebenso das Thermoelement eingesetzt. Kurz vor Beginn der Erstarrung des Bleies, bei ca. 350° C, wurde der Wasserstoff abgestellt, die Haube abgenommen, der Eisenblock mit Matrize aus der Tasse herausgenommen und nach vollständiger Abkühlung an der Luft der Preßling vorsichtig aus der Matrize herausgedrückt. Die Höhe eines solchen betrug 6 mm, sein Durchmesser 15 mm.

Da die Härte eines Materials in erster Linie maßgebend ist für die Verwendbarkeit einer Legierung als Schneidmetall, wurde der erhaltene Preßkörper Härteuntersuchungen unterzogen, die nach Brinell ausgeführt wurden. Die Härte des Warmpreßlings betrug danach weniger als die Hälfte von der des Ausgangsmaterials.

Von Drehversuchen wurde daher, weil Aussicht für eine erfolgreiche Verwendung des Preßkörpers als Schneidmetall nicht bestand, Abstand genommen.

Zusammenfassung der Ergebnisse der Untersuchung.

I. Reine Metalle. Gegenüber früheren Untersuchungen neu aufgenommen wurde die Messung der elektrischen Leitfähigkeit, der Härte und der Schrumpfung synthetischer Metalle. Die Messung der Dichte wurde vervollkommnet. Festigkeit und Härte bei synthetischen Körpern brauchen nicht symbat zu sein. Das Verhalten der Härte läßt unter Umständen auf geringe Verfestigung von stärker gepreßten Pulverteilen schließen. Leitfähigkeit und Dichte steigen zwar miteinander, die Leitfähigkeit ist aber nicht aus dem Porenvolumen berechenbar.

Die Deutung der Ergebnisse wird wie früher ermöglicht durch Annahme des Wirkens von Adhäsion und Kristallisation und ihre mannigfache Überlagerung. Bedeutsam ist auch die Reduktion der letzten Oxydreste bei der Glühung im Wasserstoff.

II. Carbide. Überraschenderweise wies das verwendete weiße Roheisen mit 4% C und 5% Mn im gegossenen Zustande eine sehr hohe, einen C-Stahl übertreffende Schneidhaltigkeit auf. Es dürfte ernsthaft an seine Verwendung als Schneidmetall zu denken sein, wobei besonders noch sein geringer Preis und seine niedrige Schmelztemperatur ins Gewicht fallen. Wie das Versuchsergebnis zeigt, bleibt die Härte der auf synthetischem Wege hergestellten Körper ziemlich weit hinter der des aus dem Schmelzfluß erstarrten weißen Roheisens zurück. Ein Vorteil darin, daß die Carbide gefrittet worden sind, und ein Beweis dafür, daß durch das Fritten die hohen Schneidleistungen hervorgerufen seien, ist also vorläufig nicht zu ersehen. Eindeutig hat jedoch der Versuch gezeigt, daß die Methode des Warmpressens dem Pressen bei Raumtemperatur mit anschließender Glühbehandlung erheblich überlegen ist. Während die nach dem letzteren Verfahren hergestellten Körper von außen auf sie einwirkenden Kräften nur geringen Widerstand leisteten — auch Schliffe ließen sich infolge Ausbröckeln der Materialteilchen nicht herstellen —, zeigte der Warmpreßling, wie ja auch der Härteprüfversuch ergab, immerhin einen ganz erheblichen Zusammenhalt.

Für die besonders günstigen Eigenschaften der synthetischen Schneidmetalle muß nach den obigen Versuchen das Auftreten geringer Mengen von Schmelzen (Co) mit als maßgebend angesehen werden. Durch eine Frittung ist, auch in Übereinstimmung mit früheren Versuchen, bei Carbiden keine erhebliche Festigkeit zu erzielen, da ihre Adhäsionskräfte teils wegen innerer Absättigung gering sind, teils in ihrer Auswirkung behindert sind. Das Sintern von Pulvern beim Auftreten flüssiger Phasen hebt diesen Mangel auf, die Synthese von Pulvern und die Druckwirkung vermeidet dabei die Nachteile der Herstellung aus dem Schmelzfluß, die Unganzheiten und Sprödigkeit zur Folge hat.

Meinem hochverehrten Lehrer, Herrn Prof. Dr. F. Sauerwald, gestatte ich mir, auch an dieser Stelle für die Anregung und das große Interesse an dieser Arbeit sowie für die stets bereitwillige Unterstützung meinen ergebensten Dank auszusprechen.

Breslau, Technische Hochschule.

Lebenslauf.

Am 21. Oktober 1900 wurde ich zu Kreuzenort, Kreis Ratibor (O.-Schl.) geboren. Von 1911 an besuchte ich das staatliche Gymnasium zu Ratibor, wo ich im Frühjahr 1918 als Unterprimaner zum Heeresdienst einberufen wurde. Nach meiner Entlassung aus demselben im Dezember 1918 nahm ich zwecks Erlangung des Reifezeugnisses an dem an der Ratiborer Anstalt eingerichteten Sonderlehrgang für Kriegsteilnehmer teil. Ende März trat ich in den Grenzschutz „Ost" ein, dem ich bis Ende August angehörte. Nach anschließender zweijähriger praktischer Tätigkeit in der Friedenshütte (O.-Schl.) begann ich im Wintersemester 1921/22 mein Studium an der Technischen Hochschule zu Breslau und legte im Juli 1928 die Diplom-Hauptprüfung in der Fachrichtung für Eisenhüttenkunde ab.

Druck von Oscar Brandstetter in Leipzig.